

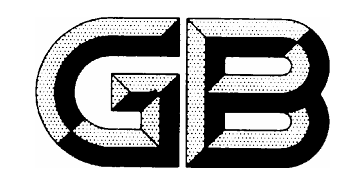
GB 22176 (2008) (Chinese): Pendimethalin Emulsifiable Concentrates



BLANK PAGE



ICS 65.100.20
G 25



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

二甲戊灵乳油

Pendimethalin Emulsifiable Concentrates

（报批稿）

（本稿完成日期：2006 年 12 月）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准的第3章、第5章是强制的，其余是推荐的。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国农药标准化技术委员会(CSBTC/TC133)归口。

本标准负责起草单位：沈阳化工研究院。

本标准参加起草单位：山东华阳科技股份有限公司、江苏龙灯化学有限公司。

本标准主要起草人：张丕龙、侯春青、朱凤霞、冯秀珍、李鹏。

本标准委托全国农药标准化技术委员会秘书处负责解释。

二甲戊灵乳油

该产品有效成分二甲戊灵的其他名称、结构式和基本物化参数如下：

ISO 通用名称：Pendimethalin

CIPAC 数字代号：357

化学名称： *N*-(1-乙基丙基)-2,6-二硝基-3,4-二甲基苯胺

结构式：

NO_2

H_3C— —$NHCH(CH_2CH_3)_2$

H_3C NO_2

实验式：$C_{13}H_{19}N_3O_4$

相对分子质量： 281.3 (按 2001 国际相对原子质量计)

生物活性：除草

熔点：54℃～58℃

蒸气压(25℃) ：4.0×10^{-3} Pa

溶解度(26℃，g/L)：水 3.0×10^{-4}(20℃)、丙酮 700、玉米油 148、异丙醇 77、二甲苯 628、庚烷 138，易溶于苯、甲苯、三氯甲烷和二氯甲烷，微溶于石油醚和汽油中

稳定性：在 5℃～130℃稳定，水中DT_{50}<21d，对酸、碱稳定，土壤中DT_{50}为 30d～90d，见光慢慢分解

1 范围

本标准规定了二甲戊灵乳油的要求、试验方法以及标志、标签、包装、贮运。

本标准适用于二甲戊灵乳油与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制成的二甲戊灵乳油。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1600 农药水分测定方法

GB/T 1601 农药 pH 值的测定方法

GB/T 1603 农药乳液稳定性测定方法

GB/T 1604 商品农药验收规则

GB/T 1605-2001 商品农药采样方法

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

GB 4838 农药乳油包装

GB/T 19136 农药热贮稳定性测定方法

GB/T 19137 农药低温稳定性测定方法

3 要求

3.1 组成和外观：

本品应由符合标准的二甲戊灵原药与乳化剂溶解在适宜的溶剂中配制而成，应是稳定的均相液体。

3.2　二甲戊灵乳油应符合表 1 要求。

表1　二甲戊灵乳油控制项目指标

项　　目	指　　标	
	33%	330g/L
二甲戊灵质量分数/% [a]	$33.0^{+1.7}_{-1.7}$	$33.5^{+2.0}_{-2.0}$
或质量浓度(20℃)/g/L	——	330^{+20}_{-20}
水分/%　　　≤	0.5	
pH 值范围	5.0～8.0	
乳液稳定性 (稀释 200 倍)	合格	
低温稳定性[b]	合格	
热贮稳定性[b]	合格	
a)当发生质量争议时，以质量分数为仲裁。 b)低温稳定性和热贮稳定性试验在正常生产情况下，每 3 个月至少检验一次。		

4　试验方法

4.1　抽样

按照 GB/T 1605-2001 中“液体制剂采样”方法进行。用随机数法确定的抽样包装件，最终抽样量应不少于 200 mL。

4.2　鉴别试验

4.2.1　液相色谱法──本鉴别试验可与二甲戊灵含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中二甲戊灵的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

4.2.2　气相色谱法──本鉴别试验可与二甲戊灵含量的测定同时进行。在相同的色谱操作条件下，试样溶液中某色谱峰的保留时间与标样溶液中二甲戊灵的色谱峰的保留时间，其相对差值应在 1.5%以内。

4.3　二甲戊灵质量分数的测定

4.3.1　液相色谱法(仲裁法)

4.3.1.1　方法提要

试样用乙腈溶解，以乙腈＋水为流动相，使用 ODS(C18)为填充物的不锈钢柱和紫外检测器，对试样中的二甲戊灵进行反相液相色谱分离和测定。

4.3.1.2　试剂和溶液

乙腈：色谱纯；

水：二次蒸馏水；

二甲戊灵标样：已知含量，≥99.0%。

4.3.1.3　仪器

液相色谱仪：具有紫外可变波长检测器和定量进样阀；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：200 mm ×4.6 mm(i.d.)不锈钢柱，内装 Hypersil ODS 5 μm 填充物(或具有相同柱效的其它

反相色谱柱)；

过滤器：滤膜孔径约 0.45 μm；

定量进样管：5 μL；

微量进样器：50 μL；

超声波清洗器。

4.3.1.4　液相色谱操作条件

流动相：ψ(乙腈∶水)=60∶40；

流动相流量：1.0 mL/min；

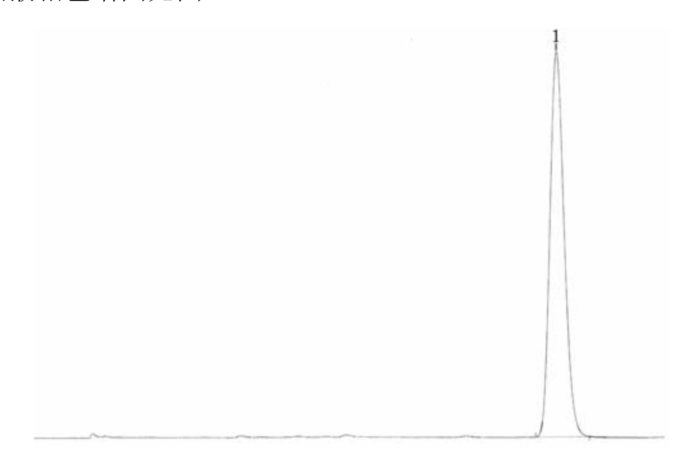
柱温：室温(温差变化应不大于 2℃)；

检测波长：240 nm；

进样体积：5 μL；

保留时间：二甲戊灵 13.5 min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定的操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的二甲戊灵乳油高效液相色谱图见图 1。



1–二甲戊灵。

图1　二甲戊灵乳油的高效液相色谱图

4.3.1.5　测定步骤

4.3.1.5.1　标样溶液的配制

称取二甲戊灵标样 0.1 g(精确至 0.000 2 g)，置于 50 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并稀释至刻度，摇匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 置于另一 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.3.1.5.2　试样溶液的配制

称取含二甲戊灵 0.1 g (精确至 0.000 2 g)试样，置于 50 mL 容量瓶中，用乙腈稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 5 mL 上述溶液，置于另一 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

4.3.1.6　测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针相对响应值的重复性，直至相邻两针二甲戊灵峰面积相对变化小于 1.2%后，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.1.7　计算

试样中二甲戊灵的质量分数 ω_1(%)按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \cdots\cdots (1)$$

试样中二甲戊灵的质量浓度 ρ_1(g/L) 按式(2) 计算：

$$\rho_1 = \frac{A_2 \cdot m_1 \cdot \omega}{A_1 \cdot m_2} \times \rho \times 10 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

A_1——标样溶液中，二甲戊灵峰面积的平均值；

A_2——试样溶液中，二甲戊灵峰面积的平均值；

m_1——二甲戊灵标样的质量，单位为克(g)；

m_2——试样的质量，单位为克(g)；

ω——标样中二甲戊灵的质量分数，%；

ρ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升(g/mL)，按GB/T 4472 进行测定。

4.3.1.8　允许差

两次平行测定结果之差，应不大于 0.8%，取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2　气相色谱法

4.3.2.1　方法提要

试样用三氯甲烷溶解，以邻苯二甲酸二正戊酯为内标物，使用 5%OV—101/Chromosorb W AW DMCS，180 μm～250 μm 为填充物的玻璃色谱柱和氢火焰离子化检测器，对试样中的二甲戊灵进行气相色谱分离和测定。

4.3.2.2　仪器

气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器；

色谱数据处理机或色谱工作站；

色谱柱：1 m×3.2 mm (i.d.) 玻璃柱，内填 5%OV—101/Chromosorb W AW DMCS，180 μm～250 μm 的填充物；

微量进样器：10 μL。

4.3.2.3　试剂和溶液

三氯甲烷；

二甲戊灵标样：已知含量，≥99.0%；

邻苯二甲酸二正戊酯：不应含有干扰分析的杂质；

内标溶液：称取 5 g 的邻苯二甲酸二正戊酯，置于 1000 mL 容量瓶中，用三氯甲烷溶解并稀释至刻度，摇匀。

4.3.2.4　气相色谱操作条件

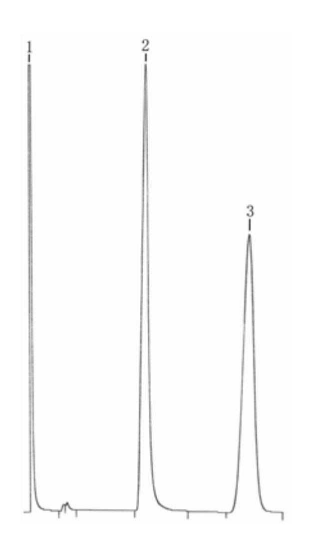
温度(℃)：柱温 175， 气化室 200， 检测器室 200；

气体流量(mL/min)：载气(N_2) 40，氢气 35，空气 350；

进样量(μL)：0.5；

保留时间(min)：二甲戊灵约 9.4，内标物约 14.0。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器特点，对给定操作参数作适当调整，以期获得最佳效果。典型的二甲戊灵乳油与内标物的气相色谱图见图 2。



1-溶剂；
2-二甲戊灵；
3-邻苯二甲酸二正戊酯。

图2　二甲戊灵乳油与内标物的气相色谱图

4.3.2.5　测定步骤

4.3.2.5.1　标样溶液的制备

称取二甲戊灵标样 0.1 g (精确至 0.000 2 g)，置于一 10 mL 具塞玻璃瓶中，用移液管加入 10 mL 内标溶液溶解，摇匀。

4.3.2.5.2　试样溶液的制备

称取含二甲戊灵 0.1 g (精确至 0.000 2 g)试样，置于一 10 mL 具塞玻璃瓶中，用与 4.3.2.5.1 同一支移液管加入 10 mL 内标溶液，摇匀。

4.3.2.5.3　测定

在上述操作条件下，待仪器基线稳定后，连续注入数针标样溶液，计算各针二甲戊灵与内标物峰面积之比的重复性，待相邻两针二甲戊灵与内标物峰面积比的相对变化小于 1.2％时，按照标样溶液、试样溶液、试样溶液、标样溶液的顺序进行测定。

4.3.2.6　计算

试样中二甲戊灵的质量分数 $\omega_1^{'}$(%)按式(3)计算：

$$\omega_1^{'}=\frac{\gamma_2\cdot m_1\cdot\omega}{\gamma_1\cdot m_2}\cdots\cdots(3)$$

试样中二甲戊灵的质量浓度 $\rho_1^{'}$ (g/L)按式(4)计算：

$$\rho_1^{'}=\frac{\gamma_2\cdot m_1\cdot\omega}{\gamma_1\cdot m_2}\times\rho\times10\cdots\cdots(4)$$

式中：

γ_1──标样溶液中，二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值；

γ_2──试样溶液中，二甲戊灵与内标物峰面积比的平均值；

m_1──二甲戊灵标样的质量，单位为克(g)；

m_2──试样的质量，单位为克(g)；

ω──标样中二甲戊灵的质量分数，%；

ρ——20℃时试样的密度，单位为克每毫升(g/mL)，按GB/T 4472 进行测定。

4.3.2.7　允许差

两次平行测定结果之差应不大于 0.8%，取其算术平均值作为测定结果。

4.4　水分的测定

按 GB/T 1600 中“卡尔·费休法”进行。

4.5　pH 值的测定

按GB/T 1601进行。

4.6　乳液稳定性试验

将试样用标准硬水稀释 200 倍，按 GB/T 1603 进行。试验结果，上无浮油、下无沉油或沉淀为合格。

4.7　低温稳定性试验

按 GB/T 19137 进行，析出固体或液体的体积不大于 0.3 mL 为合格。

4.8　热贮稳定性试验

按 GB/T 19136 进行，于热贮后 24 h 内完成二甲戊灵质量分数和乳液稳定性的测定，测定结果应符合 3.2 要求。

4.9　产品的检验与验收

产品的检验与验收，应符合 GB/T 1604 的规定。极限数值的处理，采用修约值比较法。

5　标志、标签、包装、贮运。

5.1　二甲戊灵乳油的标志、标签和包装应符合 GB 4838 的规定。

5.2　二甲戊灵乳油可用带有内塞及外盖的棕色玻璃瓶或聚酯瓶包装，每瓶净含量为 100 g、200 g、500 g 等；外包装用钙塑箱，每箱净含量不超过 20 kg。

5.3　根据用户要求或订货协议，可以采用其他形式的包装，但要符合 GB 4838 的规定。二甲戊灵乳油包装件应贮存在通风、干燥的库房中。

5.4　二甲戊灵乳油贮运时，严防潮湿和日晒，不得与食物、种子、饲料混放，避免与皮肤、眼睛接触，防止由口鼻吸入。

5.5　**安全：**二甲戊灵属低毒。使用本品应戴防护手套。皮肤接触后，应立即用肥皂和水洗净；如吸入，立即转移至新鲜空气处；如溅入眼中，用大量清水冲洗，如果发生中毒，应立即送医院抢救。

5.6　**保证期：**在规定的贮运条件下，二甲戊灵乳油的保证期，从生产日期算起为 2 年。
